

## BAB III METODE PENELITIAN

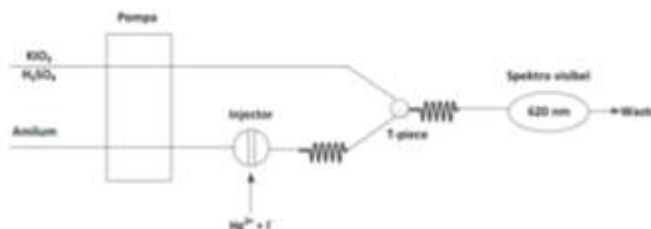
### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Kimia Lingkungan, serta UPT Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang yang dilakukan selama bulan Maret hingga Juli 2017.

### 3.2 Alat dan Bahan

#### 3.2.1 Alat penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain neraca analitik Mettler, *flow injection analyser* (meliputi pompa peristaltik, *sample injector*, *silicon tubing*, *sample loop* (pipa kapiler PTFE 0,75 mm I.D), *mixing coil* (pipa kapiler PTFE 0,75 mm I.D), Spektrofotometer UV-Vis1601/Shimadzu, indikator pH universal (pH meter), botol sampel dan peralatan gelas lainnya. Rangkaian alat FIA yang digunakan ditunjukkan pada **Gambar 3.1**.



**Gambar 3.1** Rangkaian instrumen FIA untuk analisis merkuri(II)

Konsep kerja dari *flow injection analysis* (FIA) untuk penentuan kadar merkuri (II) yaitu larutan  $\text{KIO}_3$  (dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,01 M dan indikator amilum 0,1% dialirkan melalui 2 pipa kapiler dengan pompa. Kemudian dilakukan penginjeksian sampel merkuri(II) ke dalam aliran. Merkuri(II) yang diinjeksikan akan bereaksi dengan iodida berlebih sehingga membentuk kompleks tetra-iodo-merkuri(II) yang stabil. Iodida yang tidak berikatan

dengan merkuri akan dioksidasi membentuk Iodium ( $I_2$ ) oleh oksidator  $KIO_3$ . Iodium akan berikatan dengan amilum membentuk kompleks berwarna biru  $I_2$ -amilum. Intensitas warna biru kompleks  $I_2$ -amilum yang terbentuk berbanding terbalik dengan konsentrasi merkuri(II). Semakin kecil intensitas warna biru yang terbentuk menandakan kadar merkuri yang terkandung pada sampel semakin besar. Hal ini dikarenakan merkuri(II) mengikat iodida sebagai tetra-iodo-merkuri(II), sehingga iodida yang dioksidasi oleh iodat dan berikatan dengan amilum menjadi lebih sedikit dan intensitas warna biru iod-amilum menjadi lebih rendah. Warna biru dari kompleks Iod-amilum diukur nilai absorbansinya dalam kisaran waktu tertentu pada panjang gelombang 618 nm menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

### **3.2.2 Bahan penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini merupakan bahan kimia pro analisis (p.a) yang meliputi, KI (Merck),  $KIO_3$  (Merck),  $HgCl_2$  (Merck), indikator amilum 0,1%,  $H_2SO_4$  (Merck),  $HNO_3$  (Merck), dan aqua dm (aqua demineralisasi) serta sampel kosmetik.

### **3.3 Tahapan Penelitian**

Tahap kerja yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi :

#### **3.3.1 Preparasi bahan**

- a. Preparasi larutan stok merkuri
- b. Preparasi merkuri(II) dari sampel kosmetik
- c. Preparasi oksidator  $KIO_3$
- d. Preparasi  $H_2SO_4$  0,01 M
- e. Preparasi larutan amilum 0,1%
- f. Preparasi larutan KI
- g. Preparasi larutan Pb(II)
- h. Preparasi larutan Ag(I)

#### **3.3.2 Uji selektivitas pengaruh ion asing**

#### **3.3.3 Uji validitas metode *flow injection analysis* (FIA)**

### **3.4 Prosedur Kerja**

#### **3.4.1 Preparasi larutan stok merkuri**

Larutan stok merkuri 100 mg/L dibuat dari 0,01355 g padatan  $\text{HgCl}_2$  yang dilarutkan dalam 0,2 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan 70 mL aqua dm pada gelas kimia. Selanjutnya, larutan ini dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan dengan larutan  $\text{HNO}_3$  0,1 M hingga tanda batas lalu dikocok hingga homogen. Untuk mendapatkan larutan merkuri dengan kadar yang lebih rendah, larutan stok merkuri ini diencerkan menggunakan larutan  $\text{HNO}_3$  0,1 M dengan volume tertentu hingga mencapai konsentrasi yang diinginkan

#### **3.4.2 Preparasi merkuri(II) pada sampel kosmetik**

Sampel kosmetik diperoleh dari 3 sampel krim pemutih berbagai merk, ditimbang dalam bentuk krim sebanyak 2,00 gram, dilarutkan dengan asam nitrat pekat sebanyak 5-10 mL dalam erlemeyer. Larutan dipindahkan ke labu ukur dan ditambah aqua dm hingga volume 100,0 mL. Jika konsentrasi  $\text{Hg}^{2+}$  terlalu tinggi, larutan ini diencerkan menggunakan  $\text{HNO}_3$  0,01 M.

#### **3.4.3 Preparasi larutan $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0,01 M**

Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M dibuat dengan cara mengencerkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  18 M sebanyak 5,5 mL dengan aqua dm hingga volume larutan 100,0 mL. Untuk pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 M, dilakukan pengenceran larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M sebanyak 1,0 mL menggunakan aqua dm hingga volume 100,0 mL.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bersifat eksotermis, sehingga pengenceran dilakukan dengan cara menambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  18 M secara perlahan ke labu takar yang telah berisi akuadem, kemudian ditambahkan aqua dm hingga tanda batas dan dihomogenkan. Pengenceran ini harus dilakukan di lemari asam karena  $\text{H}_2\text{SO}_4$  merupakan asam kuat dan bersifat eksotermis.

#### **3.4.4 Preparasi kalium iodat ( $\text{KIO}_3$ )**

Larutan induk kalium iodat 0,1 M dibuat dengan cara menimbang padatan  $\text{KIO}_3$  sebanyak 2,14 g kemudian dilarutkan dalam larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 M di gelas kimia. Larutan ini dipidah secara kuantitatif ke labu ukur 100 mL dan ditambahkan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 M hingga tanda batas. Larutan  $\text{KIO}_3$  dengan konsentrasi

lebih rendah dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk  $\text{KIO}_3$  menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 M dengan volume yang sesuai.

#### **3.4.5 Preparasi larutan amilum 0,1%**

Larutan amilum 0,1% (b/v) dibuat dengan cara melarutkan 0,1 gram amilum atau pati dengan 100,0 mL aqua dm. Larutan ini kemudian dididihkan, didinginkan beberapa saat lalu disaring menggunakan kertas saring.

#### **3.4.6 Preparasi larutan KI**

Larutan KI 100 ppm dibuat dengan cara padatan kalium iodida dipanaskan dalam oven pada suhu  $50\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam, kemudian KI didinginkan di dalam desikator selama 30 menit. Padatan KI ini lalu ditimbang sebanyak 13,07 mg, dilarutkan dengan akuadem dalam gelas kimia dan dipindahkan secara kuantitatif ke labu ukur 100 mL, ditambahkan aqua dm hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### **3.4.7 Preparasi larutan Pb(II)**

Larutan induk Pb(II) 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan padatan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  sebanyak 0,016 g menggunakan aqua dm ke dalam gelas kimia. Larutan ini kemudian dipindahkan secara kuantitatif ke labu takar 100 mL, ditambahkan aqua dm hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### **3.4.8 Preparasi larutan Ag(I)**

Larutan induk Ag(I) 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan padatan  $\text{AgNO}_3$  sebanyak 0,016 g menggunakan aqua dm ke dalam gelas kimia. Larutan ini kemudian dipindahkan ke labu takar 100 mL, ditambahkan aqua dm hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### **3.4.9 Pembuatan kurva baku standar merkuri(II)**

Pembuatan kurva baku standar dilakukan sesuai dengan kondisi optimum yaitu konsentrasi iodat 0,01 M,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 M, amilum 0,1%, iodida 50 ppm, panjang *mixing coil* 100 cm, pH 1 dan volume sampel 250  $\mu\text{L}$ . Konsentrasi merkuri sintesis yang digunakan sebesar 0, 2,4,6,8 dan 10  $\text{mgL}^{-1}$  dan diukur pada panjang gelombang

618 nm. Dari hasil absorbansi yang terukur terhadap konsentrasi merkuri dapat diperoleh persamaan kurva baku standar.

### **3.4.10 Uji selektivitas pengaruh ion asing terhadap analisis kadar merkuri secara *flow injection analysis* (FIA)**

Uji selektivitas dilakukan untuk mengetahui pengaruh ion asing pada sampel dengan menambahkan larutan ion asing Pb(II) ke dalam larutan baku merkuri(II) 5 ppm. Uji pengaruh ion asing dilakukan pada kondisi optimum konsentrasi iodat 0,01 M, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01 M, amilum 0,1%, iodida 50 ppm, panjang *mixing coil* 100 cm, pH 1 dan volume sampel 250 µL. Dalam uji ini, digunakan variasi konsentrasi larutan ion asing sebesar 1, 2, 5 dan 10 kali konsentrasi larutan merkuri(II), yaitu 5 ppm, 25 ppm dan 50 ppm. Selanjutnya percobaan diulang dengan mengadiskan masing-masing larutan ion Ag(II) sehingga dari hasil pengukuran diperoleh data antara konsentrasi ion pengganggu dengan absorbansi dan dihitung nilai *recovery*.

### **3.4.12 Uji Validitas**

#### **3.4.12.1 Uji validitas sampel sintesis**

Uji validitas sampel sintesis dilakukan dengan cara mengukur larutan standar merkuri 3 ppm menggunakan metode *flow injection analysis* (FIA). Setelah didapatkan konsentrasi larutan standar merkuri tersebut dengan metode FIA, larutan kemudian ditambahkan merkuri standar 2 ppm dan 4 ppm kemudian diukur kembali konsentrasinya melalui metode FIA sehingga dapat dihitung nilai *recovery*.

#### **3.4.12.2 Uji validitas sampel merkuri dari kosmetik**

Uji validitas sampel merkuri pada kosmetik dilakukan dengan cara adisi standar, yaitu merkuri yang terdapat pada kosmetik diukur menggunakan metode *flow injection analysis* (FIA). Setelah diketahui konsentrasinya, pada larutan sampel merkuri ditambahkan merkuri standar 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm dan diukur kembali konsentrasinya melalui metode FIA sehingga dapat dihitung nilai *recovery*.

### 3.5 Analisis Data

#### 3.5.1 Perhitungan persamaan regresi linear dan koefisien korelasi

Pembuatan kurva standar antara konsentrasi sampel merkuri terhadap penurunan absorbansi merkuri berdasarkan persamaan regresi linear (persamaan 3.1)

$$y = a x + b \quad (3.1)$$

y merupakan nilai penurunan (selisih) absorbansi dan x merupakan konsentrasi sampel yang terukur. Nilai dari a dan b dapat dihitung dari persamaan berikut:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i}{\sum_{i=1}^n x_i^2} \quad (3.2)$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n} - a \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3.3)$$

Koefisien korelasi  $R^2$  dari persamaan regresi dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i}{\sqrt{(\sum_{i=1}^n x_i^2)(\sum_{i=1}^n y_i^2)}} \quad (3.4)$$

Koefisien korelasi ini berfungsi sebagai pernyataan ketepatan rata-rata semua titik koordinat pada kurva standar terhadap garis linier yang diperoleh dari persamaan regresi.

#### 3.5.2 Perhitungan standar deviasi

Untuk mengetahui ketelitian dari data-data absorbansi larutan sampel merkuri yang telah diperoleh yaitu menggunakan standar deviasi dan standar deviasi relatif. Standar deviasi dan standar deviasi relatif dihitung dari persamaan berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^n (\bar{x}_i - x)^2} \quad (3.5)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \% \quad (3.6)$$

Keterangan:

- SD = standar deviasi  
N = pengulangan yang dilakukan  
 $x_i$  = nilai hasil yang diperoleh  
 $\bar{x}$  = rata – rata nilai  
RSD = standar deviasi relative

### 3.5.3 Perhitungan *recovery*

% *recovery* dapat dihitung melalui persamaan sebagai berikut:

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{Konsentrasi sampel dengan ion asing}}{\text{Konsentrasi sampel tanpa ion asing}} \times 100$$

